W1796-01

PROCESSED STARCH

Patent number:

JP57005700

Publication date:

1982-01-12

Inventor:

TAKEO KIMIHIKO; HIRANO TOUICHIROU; SATOU

FUMIHIKO

Applicant:

ASAHI CHEMICAL IND

Classification:

- international:

C13L1/00

- european:

A61K47/36; C08B30/12; C08L3/02

Application number: JP19800079266 19800612 Priority number(s): JP19800079266 19800612 Also published as:

US4447601 (A1)

B GB2078767 (A) FR2484453 (A1) ES8300137 (A)

more >>

Report a data error here

Abstract not available for JP57005700

Abstract of corresponding document: US4383111

A processed starch useful as a disintegrant to be incorporated into medicines is provided. The processed starch consists essentially of substantially non-birefringent starch powder which substantially retains the shell film structure of green starch granules. The starch powder has a particle size distribution substantially free of a fraction having a size of 48 Tyler standard sieve mesh or having a larger size, and has a bulk density of at least about 0.25 g/cc, a cold water-soluble component content of less than 10% by weight, a swelling volume of about 3 to about 15 ml/g and a water retention of at least about 2. The processed starch is prepared by a process wherein water and, if necessary, an organic solvent is added to green starch to form a dispersion having a solid a component concentration of not more than 60%; the dispersion is heated to render the green starch granule non-birefringent by swelling the green starch granule without destruction of the shell film structure thereof; and then, the dispersion is dried without destruction of the shell film structure.

Data supplied from the esp@cenet database - Worldwide

(19) 日本国特許庁 (JP)

①特許出願公開

⑫公開特許公報(A)

昭57-5700

⑤Int. Cl.³C 13 L 1/00

識別記号

庁内整理番号 7110-4B 砂公開 昭和57年(1982)1月12日

発明の数 3 審査請求 未請求

(全 12 頁)

9加工殿粉

创特

顧 昭55-79266

②出 願 昭55(1980)6月12日

⑩発 明 者 竹尾公彦

延岡市旭町6丁目4100番地旭化

成工業株式会社内

⑫発 明 者 平野東一郎

延岡市旭町6丁目4100番地旭化

成工業株式会社内

⑩発 明 者 佐藤文彦

延岡市旭町6丁目4100番地旭化

成工業株式会社内

⑪出 願 人 旭化成工業株式会社

大阪市北区堂島浜1丁目2番6

号

個代 理 人 弁理士 星野透

明 細 報

1. 発明の名称

加工殿粉

2. 特許請求の範囲

(1). 生態粉粒の外盤薄膜構造を実質的に温存する 実質的に非複屈折性の敷粉粉末で、酸粉末は60 タイラーメッシュまたはそれより目の大きな留分 を実質的に有しない粒度分布で、その嵩密度が 0.25 g/CC 以上、冷水可溶分が10 盤盤 5 未満、 脳容 程が約3~15 ml/g、 保水力が約2 以上であることを特徴とする加工般粉。

(2). 嚴粉種がコーンスターチ、米段粉、小麦酸粉等の穀類政粉である特許請求の範囲第 / 項記載の加工般粉。

(3) 生酸粉粒を水分の存在下で加熱することにより、生酸粉粒の外般薄膜構造を破壊することなく 砂調させ、次いで核外般薄膜構造を破壊すること なく乾燥することを特徴とする加工般粉の製造方 法。

41. 生戦粉粒が穀製殿粉である特許請求の範囲第

3項記載の製造方法。

(5). 穀類般粉がコーンスターチである特許語求の 範囲第4項記載の製造方法。

(n). 生酸粉粒の外級薄膜構造を実質的に混存する実質的に非複配析性の擬粉粉末で、600タイラーメッシュまたはそれより目の大きな留分を実質的に有しない粒度分布を有し、その腐密度が0.2550CC以上、冷水可溶分が100 重散多未満、整稠容徴が約3~15ml/9、保水力が約2以上である加工般粉を、医薬品、食品、化粧品等の期壊剤またはおよび保水剤として用いることを特徴とする加工股粉の使用法。

3. 発明の詳細な説明

本発明は、医薬品、化粧品、食品等に起入して用いる崩壊剤、保水剤としてすぐれた性能を発揮する新規な服粉粉末並びにその製造法に関する。

上記崩壊剤の代表的なものとして、カルポキシメチルセルロースカルシウム、低粘度カルボキシメチルセルロースナトリウム、低度換度ヒドロキシブロビルセルロース、架橋カルボキシメチルセ

- 2 -

また、化学的変性を加えられていない安価な崩壊利として、生験粉があるが、彫両力が乏しく、従つて成形物に迅速な崩壊性を付与しようとすると多種添加が必要となり、そのためよく知られているようにキャッピング現象を招いたり、成形物の経時的軟化を招くという欠点がある。

生物粉を熱処理あるいは酸処理して冷水に完全 -- ュー

使用される段粉が紹介されている。この段粉は約 20~50重進%の水分含量の出発原料販粉を禁 動コール般粉機、並流ロール製粉機を用いて20 ~ g 0 ℃ の 濃 度 範 囲 で コ ン パ ク ト 化 し 、 次 い で 乾 幾・粉砕することによつて得られている。しかし、 この方法で得られた設勢は、一旦水分を加えて造 粒されたり、その造粒物を加圧成形したりするよ うな所罰没式打錠法によつて成形物を作成する場 合は、殆んどその効力を発揮しないという父点が あつた。また、同公報中にも記載されているよう に、例えば医薬用成形物としての鍵剤に添加して その協能を十分に発揮させるには、その錠剤に用 いられる結合剤が全無量のうち、少なくともより % に相当する最で存在すること、およびさらに好 ましくは、この目的のために処方に加えられる唯 一の都合剤であること符の制制条件内にあること が必要であり、それ以外では結合剤一崩歯剤の機 能が発揮されず、成形物の処方を自由に組めない という父点もあつた。

また、特公明53-5725号公報には、結合剤、

に 溶解するようにした α 化 級 粉 も 崩 襲 剤 と して 使用 されること があるが、これを 使用すると、 成形物の 細孔に 崩 強 故 (通常の 場合 水が 使用される) が 浸透して行く 過程で α 化 股 粉が その 崩壊 液 に 密け て その 粘度 を 著しく 上昇さ せ、 そのため に 液の浸透が困難となり、迅速な 崩 機 性を 付 与することは 困難である。

天然資源の最富な殿粉は、これ以外にも削勝利として応用されている例がある。特 公昭 46-21471 号公 報によれは、 独屈折粒子 と非 複屈折 粒子から成り、 粒子乃至小片のあるものは 集合体を 形成し、約 4 ~ 4 0 重量 5 の間 で たまり、 な 発 管 を を 耐し、 自由密度は 約 2 5 ~ 1 2 を 基準としませば 的に 4 0 メッシュ以上の 粉 末が 270メッシュ以下であって、 約 3 0 ~ 9 0 5 0 間形 粉 末が 270メッシュ以下であるような、 結合剤、 削暖

- # -

崩緩剤として表面α型のβ型酸粉を用いる軸粒、 錠剤の製造法が紹介されている。ここで紹介され ている彫粉は特徴的で、β型殿粉、即ち生殿粉要 面をα型服務でコーチングするか、生服粉を流動 層中において流動させながら、高圧蒸気を噴霧す るか、生設粉を水中に懸濁させ、その懸濁液を空 気温度 200~ 400℃の 雰囲気中に噴霧する等の方 法により、表面だけα化され内部はβ型であるよ うな殿粉を得ようとするものであつた。しかしな - がら、このようにして得られた殿粉は、そのみ面 がα型であるため箱合性にはすぐれるものの、崩 壊液がα化部分を通過しβ型部分に到達するまで に時間がかかるためか、もしくは成型物の細孔に 崩壊液が浸透するとき、α化部分が崩壊液に溶け て増粘効果をもたらし、従つて崩壊液の浸透が妨 けられるためか、崩襲力は十分でなかつた。さら に表面がα化されていると、α化酸粉の一般的性 質として、 設 粉化学 ハンドブック ; 二 國二郎監修. 朝倉書店出版。(昭和 5 2 年) P. 35にも記象され ているとおり、酵素や化学薬品に対する反応性が

- 6 -

大となるため、疾薬品、食品等に添加使用する場合その応用範囲を狭くするという問題もある。

従つて、本発明の目的は、すぐれた崩壊性能を有する、化学的に変性されていない形態の加工殿 物粉末を提供することである。

この目的を選成する本発明の加工股粉は、生股粉がか外段薄膜相違を実質的に温存する実質的に 非被刑折性の股粉粉末で、該粉末は60gィラーメッシュまたはそれより目の大きな留分を実質的に有しない粒度分布で、その微密度が 0.2.5 9/00 以上、冷水可溶分が / 0 重 報 5 未 満、彫 凋容 複 が 約3 ~ / 5 元/9、保水力が約2 以上であることを特徴とするものである。

本発明の加工散粉は、錠剤、顆粒剤、細粒剤等の形態の炭薬品、食品、胸味料等に崩壊剤として健入され、分めてすぐれた崩壊効果を奏することができる。また、食品(例えば粉状食品)や化粧品(例えば制干ステインク、パーフューム・パウダー、夏用ファンデーション等)に用いて、保水

- 7 -

冷水可格分が少ない。これを再度水中に投入したときは、膨粉粉末の澱粉は非複屈折性であるため、水分を吸収して再整潤し、しかし糊化しないためすぐれた崩壊力を示すことができる。

本発明の加工設勢粉末は、10重量名未満、好ましくは4重量名未満の冷水可溶分を示す(冷水可溶分の御定法については後に示す)。ハ0%以上では吸湿時の粘着性が大となり、崩壊力が低下する。4%以下の場合に最も好ましい崩壊力が得られる。散粉粒の冷水可溶分はわれ以下の値になることはない。

本発明の加工股粉粉末は、約3~/5ml/gの膨脹容徴(定義及び測定法は後述)を有する。生の股粉粒の影渦容徴は約/~2ml/gである。膨凋容徴、3ml/g未満のものは、添加された成形物に迅速な筋密性を付与できない。本発明の加工股粉粉末は、化学的な変性が加えられておらず、又糊化されていないため、彫渦容徴の上限は/5ml/gの程度である。この限度内において膨渦容髄が大である程

奏することができる。

以下に本発明を具体的に説明する。

本発明の観粉粉末は、第一に非複屈折性の認めからなる。植物の細胞中に存在する生態粉はすべて粒状構造をしており、これを脚粉粒という。この生の般粉粒は、水中に投入して偏光顕微観で観歌するとき、結晶性物質に特有な視屈折性であり、従って結晶性を失つた非晶質である。

上記生の 般粉 粒は、 移膜状の 外 般 部 で 被 ふ く されている。 本 発 明の 般 粉 粉 末 は 非 視 旭 折 作 で は あるが、 この 外 数 部 の 神 膜 構 道 が 維 持 され 、 海 膜 に 破 裂を 生じ て おらず 服 粉 粒子 形 趣 が 維 持 されて おり、 個 々の 粒子 が 顔 別 可 能 の も の で ある。

外級海膜部分が破壊された非被屈折性数粉は、水中で不可逆能消(溶解)し、その結果液の粘度は上昇し、酸粉は酵素または化学薬品に対する反応性の増大したものとなる。これに対して、本発明の殿粉粉末は外級海膜部分が残つているため、水可溶成分のアミロースの滲出が少なく、従つて

- 8 -

崩壊力も大である。

本発明の加工股粉粉末の保水力(定義及び測定法は後述する)は約2以上で、通常4~7の値をとる。生の殿粉粒の保水力は2未満である。それ故本発明の加工股粉粉末は添加成形物に崩壊性と同時に良好な保水性を付与することができる。

本発明の加工部粉粉末は、粗大粒子を含むものであってはならず、60gイラーメッシュ(以及単にメッシュという)を少なくとも95重量の以上、好ましくは100重量の通過する程度の数度分布を持つものでなければならない。粒度が大きいと、添加成形物数間の崩壊時間のバラッキを生じ好ましくない。

本発明の加工膨粉粉末は、約 0.25 g/CC 以上、好ましくは 0.3 g/CC 以上の 為密度を有しなければならない。生の腹粉粒の真密度は約 1.6 g/CC である。約 0.25 g/CC 未務の為密度では、添加物を乾式成形したとき圧縮成形性が不良となり、粉体としての流動性にも悪影響を与えるので好ましくない。

- 10-

次に、本発明の加工節粉粉末の製造法について 述べる。

本条明の加工資約約末の製造法は、生の製物粒を水分の存在下で加熱することにより生の製物粒子の外飲物膜構造を破壊することなく能調させ、
ないで設外飲物膜構造を破壊することなく乾燥することを特徴とする方法である。

-//-

装一/ 各租殿粉の粽化温度

稱 難	朝化開始温度 (℃)
ポテトスターチ	6 1.0
タピオカ酸粉	6 5.4
甘蓝	6 5. 8
コーンスターチ	668
小 麥	\$ 8.0

桕 殿粉科学ハンドブツク P.36

それは、殿物の種類によって水中での影胸速度が 異なるためであるが、完成された異なる加工殿粉 同士を粉末で混合して使用することは祭し支えない。

原料服勢の粒度は製品の加工服粉の粒度からの要請に応え得るものが設ましい。勿論加工後の服 粉を飾別けしてもよい。

- /2 -

しようとする場合、その加熱時間はノー2分間と いう短時間から数時間に亘るまで自由に選び得る。 勿論それより更に長時間加熱することも可能だが、 加熱時間を長くしても、それにより得られる利点 は何もない。エネルギー効率から考えて、より短 い時間で処理すべきである。ただ、短時間加熱し た後乾燥して得たポテトスターチは、検鏡したと き、まれに不明瞭な復屈折粒子を非常に少ない割 合で認めるときがある。それは、例えば熱処理さ れた粒子個数 100に対して約 1 0 個以下程度の割 合である。このような不完全粒子が現われる理由 は、生製粉粒が広い粒子笹分布を有しているため だと推察されるが、生殿粉粒子が示す明瞭な機関 折性と比較すれば、その後配折性は不明瞭であつ たり弱かつたりするので区別できる。このような 少ない刺合で不明瞭な復屈折粒子を含むポテトス ターチも本発明に包含されると考えるべきである。 *勿論、このような選移状態の粒子勘合は、少なけ れは少ない程好ましい。

本発明においては、加熱の方法は自由である。

まも 自由であり、 希根 のの がい に がい ない のの かい のの ない のの はい のの

- 15 -

明の加工的粉粉末を医薬品に添加して崩壊性を賦 与するには、当該成形物全重量に対し約 / ~ / 0 重景系添加すればよい。勿論、本発明の加工般粉粉末はそれ自体薬効を有していないから、賦形剤 - 崩壊剤として / 2 重量名以上加えることも可能 である。

本発明の加工股粉粉末が添加された医薬品組成物は、通常の方法により造粒及びまたは成形されて、粗粒剤、顆粒剤、錠剤、丸剤となり得る。これらの成形物にフィルムコーティングを施したり、糖去掛け、ワックスコーティングを行なうのは自由である。

本祭明の加工般 粉粉末を使用して得た医薬品 成形 物は、それを筋 緩 液中に投入したとき、あたかち 設面から浴けるかの如く 崩壊する、所謂 "溶解型 崩壊パターン は、 注 乗 から存在している 生 殿粉 や α 化 殿 粉 を 添 加 し た な か ら 存在している 生 殿粉 や α 化 殿粉 を 添 加 し た な で は 全 く 得られず、これらの 系で は ブロック 状 崎 晦 し か 示さない。 従 つて、 生 殿 粉、 α 化 殿 粉 を

ゆつくり乾燥したり、液圧あるいは真空乾燥、真空凍結乾燥、有機溶媒健換等の乾燥方法を採るのは自由である。

本発明の殿粉粉末は、以下に述る方法で検鏡なたとき、その大部分の粒子が破壊を受けてもない。粒子の損傷はももでもない。粒子の損傷はももでもない。なり、水分存在下場があったり、水分存在下場のかめ、水分存在では、粒子の投機は、もはや水できる。の検工程では修復され得ないから、得られたのが物末を胸査すれば、粒子の損傷状態が複数できる。

以上のような方法で製造された本発明の前紀受件を測足する加工製物物末は、良好な軽調能力を有し、あらゆる分野の成形物の崩壊剤として使用できるが、特に医薬品において好適に用いられる。医薬品の錠剤、類粒剤、細粒剤等のように、人体に投与され、体液中で迅速に成形物が崩壊することを必要とされる分野では特に有効である。不免

- 16 -

含む系はしばしば常出率を低くすることがあつた。 以前から、製剤業界では成形物に溶解型崩壊パターンを与えるような崩壊剤の出現が望まれており、 本発明はそれに応えるという意味からも意義ある ものと考える。

- 18 -

約2 散散多以上、好ましくは約5 重量多添加する ことが必要である。

一方、制开ステイック、パーフューム・パウダー、夏用ファンデーションに応用してその保水性を利用しようとする場合は、約1重量多以上、好ましくは約3重量多以上添加するのがよい。本発明の加工服务粉末の場合、適度な成形性も有しており、成形品に利用すると併適である。

次に、本発明で用いた用語の定義及び御定法を一括して示す。

冷水可溶分

試料39(無水換算)を精秤し、25℃の純水
297㎡を加え、1500㎡で2分間高速搅拌する。
得られた懸濁液を6等分して丸底遠心分離皆に移し、2000㎡で15分間遠心分離する。この上程液を30㎡級取し、広口の秤量皿中に移し、蒸気浴上で乾燥蒸発させ、次いでこの皿を1/0℃で一定 以 世にまで乾燥する。皿中の乾燥物 重量を1000倍し、粒初の試料の乾燥物 重量で割ったものが酸物 水の冷水溶解分であり、n=3~6の平均値

世して染色する。次に薪割水を加えて遠心分離を 3~5回離り返し、過剰の染料を洗い流す。この ようによく洗浄した駄料をスライド上に採り、 Nippon-Sky-Blue (大和加工所製)の/名水溶液を 加えて均一に混合し、カバーグラスを掛けて検鏡

- 19 -

 で示す。

膨凋容積

試料s g を共栓付 100ml メスシリンダーに採り、 2 s ℃の純水約 8 0 ml を加え軽く振盪して脱泡させた後、全量を純水で 100ml とする。密栓し 2 4 時間節置し、吸水膨調した試料の容額を読み、それを 5 で除して膨調容額とする。

保水力

能調客積の測定法に準じて試料を作成し、得られた分散液を遠心沈降管に移し、4500mで30分間遠心分離する。上雅液を捨て温調沈殺物の重量を測定し(W_g)、次いで談沈稜物を絶乾秤量し(W_g)、次式により保水力を算出する。

粒子の破壊(損傷)状態の観察: (殿粉科学ハンドブック P.289)

試料 0.5 g を 1 0 ml 容の遠心 沈降管に とり、 サフラニン O (東京化成工業料製)の 1 名 水 形 液 を約 2 ml 加 え、 ガラス 棒でよく 提 拌 して 1 5 分 間 静

- 20 -

される。

次に実施例を示す。

実施 例 /

局方コーンスターチをよ、10、15 監 盤 5 の 固形分譲度で水中に分散させ、これらのスラリー を、それぞれ65℃に20分間加湿した。次いで 二流体ノズルを有する実験室規模の噴霧乾燥機を 用いて、入口温度約180℃、出口温度約90℃の 雰囲気中によん/hrのスラリー供給速度で噴霧し、 それぞれサンブルAーノ、Aー2、Aー3を得た。 各サンブルの物性を表ー2に示す。

実施例 2

局方っしスターチを3の重量系の固形分譲度で水中に分散させ、これを67℃で30分間加温.した。次いでこれをトレイに移し、40℃に調温された熱風乾燥機中で水分含量約4系になるまで乾燥した後、ハンマーミルを2回過過させ、1回目の通過分をサンブルBー1、2回目の通過分をサンブルBー2、50物性を送し

- 22 -

特別昭57-5700 (7)

実施例3

局方コーンスターチを30重量系の固形分濃度で水中に分散させ、これを67℃で約30分間加温した。これを約3倍容量のメチルアルコール中に投入し、炉加後再び過剰量のメチルアルコール中に投入して脱水し、炉別後風乾し、粗大粒子を60メッシュ節でカットしてサンブルCを得た。その物性を数一2に示す。

比較例 /

局方コーンスターチを / 0 無触 5 の 固形 分 機 度で 水中に 分 散させ、これを 強力に 携 拝しながら、 4 7 ℃ で 6 0 分間 加湿した。 次いでこれを 等量の 冷水中に投入して 冷却 後 沪過して 残 液を 凍 結 乾燥 した。 得られた 乾燥 物をハンマーミルで 粉砕し、 サンブル D を得た。

実施例 4

- 23 -

をガースに示す。

比較例 4

局方コーンスターチを3重量%のスラリーとし、 90℃に加熱して完全に糊化し、実施例/の方法 で噴霧乾燥し根大粒子を60メッシュ節で除き、 サンブルHを得た。その物性を妥一2に示す。 (以下余白) なるまで乾燥した。乾燥物をスピードミル(不二パウダル桝製)に通し、次いで粗大粒子を60メッシュ節でカットし、サンブルEを得た。サンブルの物性を表ー2に示す。

比較例2

局方コーンスターチに水を加え、水分含量 2 4 4 ~ 2 5 5 2 し、ペレットミル(不二パウダル側 製)で押した後、乾燥して水分含量を約7 5 2 とした後、ハンマーミルで粉砕し、 100メッシュを通過する。ような粉末とする。このようにして得た粉末を、リボンブレンダー中で加水し、水分含量 1 2 5 に関 節しコンパクト化酸粉粉末、サンブルドを得た、物 世を表ー2 1 4 7 1 号公報の実施例 1 参照)。物性を表ー2 に示す。

比較例3

局方コーンスターチを常法通り流動層造粒機(大川原製作所)関い、ユニ・グラット)中で、コーンスターチ機液を結合液として表面な型のβ型般物粉末を造粒し、サンブルGを得た。噴霧された
α化数粉の割合は、約/4%であつた。その物性

- 24 -

	東大大田田	¥14.9	\$5.5.7	1964	#3.5.3	\$15.3	£5.5.9	#) 3.6	#) 3.9	おき	4).23	¥3.4	#) /.6
	粒子の破壊の有無 関	事		•		•	•	第五数据本》	若干部費あるも中 雇免	着色と桃色が復在	青色と節色機変か つ。相望色観音	際い青色	彩かな桃色
11年 日 40年 年	镀 屈 折 性	いなの親子を移すがない		, ,		, ,	, ,		いない健多本十米割	約4~3割が個光十字 を示す	大部分の粒子が偏光十分を示す	偏光十字を認めない	主兴圣之十米即中上 改变
ルの物物評価	形質容費 (mシg)	8.8 €	₹ 8.9	# 9.2	\$1.7.8	#) 8.3	\$16 6#	#/4	£) 43	#1 7.2	# j 3.€	#)/6	2以下
各種サンプ	冷水可溶分 (S)	₽v	60	07	<i>71</i>	77	//	/3.3	5.3	9.6	2.5	320	0.3
~	新铁版 (9/tc)	980	aso	a\$\$	087	990	a30	237	2#2	23.6	247	ass	aus
数	50×757	0	۵/	a3	7.4	73	0	۵/	0	g3	77	0	0
	サンブル名	A - /	7 - Y	8 - A	1 - B	8-2	C	Q	Э	F	9	н	∯ SO
					E	35					 *	 SE	

- 26 -

-25 -

実施例5

局方フェナセチン末200部、局方結晶セルロース 400部、局方結晶乳類 345部、局方ステアリン酸マグネシウム 5 部、合計 950部に、要 - 2 に示した各サンブルを 5 0 部加え、常法通り混合してロータリー製打錠機(菊水製作所(製)、RT-S 22.臼杵 8m0・/2R)にて直接打錠した。錠剤監量は2 0 錠の平均値が 250±/0mg となるように関節した。錠剤評価結果を要 - 3 及び要 - 4 に示す。なお、錠剤計価方法は次のとおりである。

錠剤塩量バラッキ

錠剤 2 0 錠をそれぞれ粉秤し、変動係数 (n = 2 0) を求める。

硬 度

錠剤 20 錠を、それぞれ木屋式硬度計(単位: 切)にて破壊試験に掛け、その平均値を算出する。 崩壊度

日本築局方第九改正の裸錠の測定法による。但 し、ディスクを外して行なう。n=6の平均値。

- 27 -

定し、参量解法により答出量を求める。浴出速度 の御定は、同一錠剤系で5回繰り返し、その平均 値を計算する。

嵌−3 錠剤物性の評価結果

	サンプル名	成形圧力 (%/al)	CV値 (%)	硬度 (kg)	崩壞度 (分)	脱壊パターン
	A -/	500 /000	2.2 2.3	5.3 8./	< / . 2/	}溶解型
実	A - 2	500 /000	} < 2	5.5 8.2	< / /.8	} "
施・	A - 3	500 /000	} </td <td>5.6 8.5</td> <td>< / 20</td> <td>} "</td>	5.6 8.5	< / 20	} "
	B - /	500 /000	} < 2	4.8 7.9	25 3./	} 粗大片あり
(∲1)	B - 2	500 /000	} < 2	5.0 7.9	1.2 2.1	} 溶解型
	С	500 /000	} < 2	5.0 7.7	/ /.5	} •
	D	500 /000	3.3 ' 3.5	3.2 5.8	3.0 >/ 5 .0	} 粗大片あり
比	E	500 /000	24 24	4.3 7./	1.4 29	}溶解型
● 2	F	500 /000	} < 2	5./ 8.0	3.0 64	}粗大片あり
~	G	500 /000	} < 2	3.8 6.9	26 5.8	} •
99	н	500 /000	}<2	4.4 7.8	29 >150	} "
	c s	300 /000	3/	キャッピング	2.3	粗大片あり

崩壊パターン

以下述べるよつの方法をもつて観察する。

(1) 静置法

(2) 摇動法

崩壊度試験機中で崩壊試験を行なうとき、溶解型崩壊性。を示す錠剤は、製面から溶け細るかの如く崩壊し、崩壊中に細大なブロック状断片を生じない。

浴出速度

米国特許第 3622677 号明細書の回転パスケット法に準じて行なつた。 溶出媒(O/N HCI)を、37±/℃に関巡し一定時間毎に被検液2 m2をメンプランフィルターを通して採取し、 5 0 倍に希釈後、UVメーターを用いて波長245mmで吸光度を測

- 28 -

数一4 錠剤の溶出速度

サンブル名	/ 0 分後	30分後	60分後
A _ /	4 1.5 %	67.7 %	81.4 %
A — 2	3 9. 3	68.1	820
A — 3	3 8. /	6 9.3	8 1.9
B /	27.0	544	7 2 2
B - 2	3 6.5	604	807
С	4 3.3	7 /. 2	8 5.8
D	144	548	69.1
E	3 7.4	6 3.5	7 7.3
F	108	21.9	4 9. 6
G	7. 7	229	4 8.4
н	۵/	. 18.4	4 9.5
CS	1 8.4	27.4	462

なお、表-3の錠剤を、40℃、75 % RH 下、2週間の虐待試験にかけたところ、F、G、H、CSの各サンプルは錠剤硬度が低下し、かつ崩壊時間が大幅に延長した。サンプルA~Eの系は殆んど変化しないか、あるいは変化してもわずかであつた。

実施例ら

局 方 フ エ ナ セ チ ン 末 400部 、 局 方 糖 晶 セ ル ロ ー

ス 200部、 局方 棚 来 乳額 320部、 ヒドロキシブロピルセルロース (日本曹 建)製 SL) 20 部、 袋ー2 に示した各サンブル 5 0 部を 粉体混合し、 常 法どおり水を加えて造粒し、乾燥後敷粒して乾燥類粒 990部に対して局方ステアリン酸マグネシウムを // 0 部加え 混合する。 次いで 実施例 5 の 方 法で圧 組成形し、錠剤を評価する。評価結果を安一 5 に示す。

(以下余白)

- 3/ -

メチルセルロースカルシウムをそれぞれの、10、80 形加えて常法当り混合し、実施例 5 の方法で直接打錠した。得られた錠剤の評価結果を要一6に示す。

表一6 錠剤物性の評価結果(成形圧力 500 kg/cl)

					· · · · · · .
サンブル名	量加添 (治)	CV 値 (知)	硬度 (%)	崩壊度 (分)	崩壊パターン
A - /	0 % 10 80	}.< 2	5.9 5.8 5.5	> /5 4./ < /.0	粗大片あり } 容解型
D	0 488 10 80	< 2 22 3.4	5.9 5.7 4.3	> /s /4/ 8.4	粗大片あり
F	0 400 10 80	}< 2	5.9 5.9 4.4	> /\$ /39 62	組大片あり
cs	0 *** /0 80	< 2 < 2 3.7	5.9 5.9 5.1	> /s > /s > /22	粗大片あり
CMC - Ca	0 0.5 / 0 8 0	< 2 < 2 3.4	5.9 5.8 5.2	> /5 63 < /.0	} 粗大片あり 若干粗大片あり

翌~5 錠剤物性の評価結果

サンプ ル 名	成形圧力 (*9/al)	CV M2 569	硬度 (Ke)	謝棚度 (分)	崩壊パターン							
A-/	500 /000	1<2	4.8 6.9	1.4 3.8	}溶解型							
A – 2	500 /000	} •	4.6 6.7	1.2 29	} •							
A - 3	500 /000	} •	4.8 7.1	1.6 3.5	} •							
B-/	500 /000	} •	3.7 6.5	2.2 4.8	}粗大片あり							
B-2	500 /000	} •	4.3 6.6	1.8 4.0	}溶解型							
С	500 /000	} •	4.3 6.5	< / 28	} •							
D	500 /000	} •	28 5.8	/5.7 >30	}粗大片あり							
E	500 /000	} •	4.1 6.1	2.2 5.2	}溶解型							
F	500 /000	} "	4.3 6.5	>20 >40	}粗大片あり							
G	500 /000	} "	27 5.3	/3./ >30	} "							
н	1000	} •	5.0 7.3	>30 >60	} "							
cs	500 /000	} "	26 5.0	28 >20	} "							

実施 例 7

局方アセトアミノフェン酸末 200部、局方結晶 乳糖 445~495部、局方結晶セルロース 300部、 局方ステアリン酸マグネシウム 5 部、 数一 2 の A ー 1、 D.F. CS、の各サンブル及び局方カルボキシ

- 32 -

爽施例8

局方乳糖 480部、局方コーンスターチ100部、 局方結晶セルロース 395部、局方 ステアリン酸 マグキシウム5 部、ヒドロキシブロビルセルロース 20 部を十分混合し、常法どおり水を加えてを粒欲乾燥し、24×ツシュ 扇を通して粗大粒子を を 数 乾 類 粒 7000 部に 対して 60 部の 崩壊剤を加え、実施 例 5 に 従って 圧縮 成形 じた。 願協剤の 離類は 表ー 2 の A ー 2 、 F.G.H 及びCSとした。 得 6 れた ブラセボ 錠の 物性評価 結果を表ー 7 に示す。

表 - 7 錠剤物性の評価結果

サンブル名	成形圧力 (¾/al)	CV 値 (%)	硬度(144)	崩 墩 度 (分)	崩壊バターン
A - 2	750 /500	} < 2	6.4	< / 3.2	} 溶解型
F	750 /500	} < 2	4.8 5.2	20 5.7	3 組大片あり
G	750 /500	} < 2	4.3 5.9	3.8 7.0	} "
н	750 /500	} < 2	5.8 6.2	124	} "
cs	750 /500	22 24	4.2 キャツピング	1.9 —	想大片あり 一

张筋筋 9

表一 8 に示す処方を作成し、 250mlの 沸騰水の中に、粉体が合物 / 5 9 を複拌しながら直接添加した。その 後時々 複件しながら 約 2 分間 とろ火で着た後、炉布を通してボール中に移した。

処方 / のものは、 沸酸水中に 血接添加しても、 ままこを生じることなく 粘稠な分散 液を生じた。 処方 2 のものは、 大きな塊りを形成し、 攪拌し ても分散しなかつた。

桜ー8 プラウングレービ混合粉体ペース

成 分	処方/	処 方 2
加工設粉 (汲-2のA-2)	463 %	- %
生 殿 粉 (コーンスターチ)		4 6 3
マルトデキストリン(DE/5)	9. /	9. /
米 粉	3. 2	3.2
乳糖	120	120
香料·潜色料	246	246
ひまわり油	¥ 4, 3	4.3
	100 %	100 %

- 35 -

尖 施 例 / 2

表一9の処方の制干パウダーを作成した。各試料を専任女性パネラーよ人により使用評価した結果、表ー10の結果を得た。

表ー9 制汗パウダー処方

成 分	処方/	処 方 2
超微粉塩化アルミニウム(Reheis)	25.00 %	25.00 %
タ ル ク (局方品)	9.00	9.00
結晶セルロース (別化成工業阱; PHーM /s)	45.75	45.75
ステアリン酸マグネシウム (局方品)	0.25	0.25
生 殿 粉 (α化酸粉)	2000	
加 工 鵔 粉 (表-2のC)	-	2000
	10000	10000

安一 / 0 制 开 パ ウ ダ 一 評 価 結 果

(一対比較法)

_				70 D. W. /	
į	4JL	4	37	価 項	目
	7/2	方	ザラツキ膨	ベトツキ膠	粉立ち性
		/	} 差 な し	あり(4人)] as +> 1
	١	2]	なし(/人)	} 差 な し

宴 紙 例 / 0

生味噌(固形分s0g) 200gに、前出の数ー2のCサンブルを19、29、s9、それぞれ窓加して混雑し、環構乾燥後粉砕して、乾燥粉末味噌を作製した。各試料をそれぞれs9採り約90~9s℃の無過200℃中に投入したとき、本発明の加工服粉が約2塩は%以上添加された系は、変かな分散状態を呈したが、約1 放 飲 % 添加した系は一部まこが残つた。

奥施例 / /

生味噌を凍結乾燥した後粉砕し、乾燥粉末味噌を作製した。当乾燥粉末味噌95部に、前出炎ー2のAー/試料を5部添加し、静圧プレスによりタブレット型成形味噌を作製した(59/個)。この成形味噌を水200℃中に投入し攪拌したところ約1分間で完全に分散溶解した。

一方、上記加工殿粉(A 一 /)を添加しない系では、完全に分散溶解させるのに約3分間を要した。

- 36 -

実施例 / 3

時間粉乳10%、粉末油脂3%、砂糖5%、デキストン5%、残量水から成るスラリーを喧響乾燥し、水分含量2%の粉末を得た。

当粉末に、装一2のA-3の加工殿粉を2%添加し粉体混合した。混合粉体を20℃、70%RHの条件下2カ月間放置した後、冷水中への分散性を検討し、表一11の結果を得た。

表ー / / イミテーションクリームの分散性試験

Ma.	赵 料	製造直後	2 カ月後
/	加工服粉無添加品	小塊残存	大きな塊発生
2	加工服粉2%添加品	均一に分散	均一に分散

(注) 209の粉体混合物を80CCの水に加えた。

なお、加工設勢添加品は吸融後もプロッキング を生じていなかつたが、無添加品はプロッキング を生じていた。

> 特許出願人 旭化成工案探式会社 代理人弁理士 星 野 透

手 統 補 正 苷 (自発)

昭和55年8月25日

特許庁長官 川原能雄 殿

1. 事件の表示

昭和 55 年 特 許 顧 第 79266 号

- 2. 発明の名称 加工 殿 粉
- 3. 補近をする者

事件との関係 特許 出願人

76 《 大阪府大阪市北区党島浜 / 丁目2番6号 76 《 * * * * * (003) 旭 化 成 汇 業 床 式 会 社 代表取締役社長 宮 崎 輝

4. 代 型 人

t 所 東京都新宿区四谷3丁目1番地かつ新ビル5B 郵便番号160 電話23-359-8530 氏 名 (2534) 弁理士 星 野 透

- 5. 補正命令の日付 なし
- 6. 補正により増加する発明の数 なし
- 7. 補正の対象

明細書の発明の詳細を脱明の欄



8. 補正の内容 (別紙のとおり)

は、夫々、 50240 、および 24400 である。」

(3) 第2/頁9~10行

「少し青味がかつた中庸の色」を「赤紫色ないし、青紫色」と訂正する。

(4) 萬2/頁/7~/8行

「少し常味がかつた中庸の色」を「赤紫色ないし背紫色」と訂正する。

(5) 萬22頁/行目

また、検験するときの光顔の色で、被検物

補正の内容

明細書の記載を次のとおり補正する。

(I) 第15頁12行目

(2) 第2/頁 6 行目

「する。」のあとに次の文章を挿入する。 「なお、サフラニン O (Safranine O)とNippon-Sky-blue のカラー・インデックス番号(C.I.Ma)

の色が若干変化することもあるので注意を要する。可能な限り、自然光を用いるべきである。」

(6) 第23頁/2行目

「67℃」を「76℃」と訂正する。

(7) 第26頁表 - 2を次のとおり訂正する。

(以下余白)

余さむ	₹) 4.2	\$ 3.7	1,963	5,3	\$ 3.3	4.5.9	43.9	¥) 3.€	4.4.4	£) 2.3	£) 3.4	¥) 1.6
粒子の破壊の有無	\$.	8 1	\$£	4.8色	44 46 69	æ €i)		国代十字を始と認めかいの子経路あり、保育色	青色と桃色が成在	育色と株色組在か つ二相星色部有り	•	彩かな構色
数国营车	個化十字始と総かない		, ,	и и	, ,		場九十字を訟めない 若干砂道あり、赤緑色	個化十字を始と認めない	84~3個が個光十年を示す	大部分の粒子が偏 光十字を示す	偏光十字を認めない 裸い背色	全粒子が旬光十字を示す
新電容積 (at/8)	\$.8€	€.3€.¥	#19.2	£,7.4	£,8(3	£19.5	£; 4.3	#/ 5#	¥37.2	¥13.8	9/4	2以下
高大□ 分 函	8.0	6.0	0.1	7.7	7.7	1.1	3.3	13.3	9.6	2.5	32.0	6.0
第6条 (9/CE)	0.36	0.50	25.0	0.67	99.0	0.30	84.0	0.37	0.56	0.47	0.55	0.45
(A) 4%	0	0.0	0.3	7.4	2.3	0	0	0.7	6.0	7.7	0	0
7.35	/-Y	A is	A-3) <u>-</u> 8	8-2	ပ	E	a	G.	U	H	ॐ ∶0
	1		-\$	亲	₹.			1 3	3 3	₹		

未処理の生職粉(以下阿じ)

18) 集38頁/6行

「を生じていた。」の次にローの同様を追加 する。

「 異施例 /4

表一2のサンブル A一八 B-2、F、 G、 H かよびCSにつき、次の手順で象色を行ない色景の創定を行なつた。

先才殿粉試料/9を50配容遠心沈峰智に入れ、サフラニン〇/エタノール (70/100)の/ 6水容液 6 配を加え、ガラス棒でよく復伴して/3分間静置し染色する。

網水を加え、遠心分離とデカンテーションを 5 回線返し、過剰の染料を洗い流す。

次に Nippon-Sky-Blue の / 多水溶液を均一になる迄加え、混合する。次いで東洋戸紙 (株) 製一般定性ろ紙 版 / (6μ)を用い、 蚊引しながら納水にて戸過洗浄する。洗浄は、 戸液が透明になるまで繰返す。 次いで得られた選問物を適当なホルダーに移し、 表面に伴く過剰な水分をろ紙で吸い取らせた後、 スガ試験

機 (株) 製 CDR-S CH-GV4 型直統色差コンピューターにて JTS 28730 に 逆処して、 Lab 系色 巻の勘足を行なう。

剛定結集は次の通りであつた。

表一/2 色差測定結果

試料	L	•	ь	△E(Lab)
A /	25.9	/2.2	-/4.5	70.2
B /	27.7	8.4	- 17.3	68.6
F	28.3	14.3	-11.0	67.4
c s	36.2	24.1	- 4.2	62./

(注) 標準試料(白色板): L=92.3、 a=-1.4、b=3.7

飲料 G、および H は、冷水可格分が染料洗 静時に徐々に膨調 解解するためか粘度が上昇 し、炉過が不可能で、色奈測定ができなかつ た。一方、本発明の加工吸粉は、炉過が全く スムーズであつた。

表-/2の測定結果を Lab 色座標で扱わすと 明らかとかるが、 F の試科は、 A-/、B-/ の 試料よりも、原料コーンスターチであるCSの 試料に近い色座標をとる。 これは、 預傷した 跛粉あるいは冷水可磨分がサフラニン O の楽 料をデカンテーションにより除く際に同時に 流出したため、青色染色部分が少なくなり、 CSに近い色相となつたものである。

色差測定はできなかつたが、 G および H の 色は、水を含む粘稠なペースト状物の状態で 架骨色をなしていた。